ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 8.613— 2005

Государственная система обеспечения единства измерений

МЕТОДИКИ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ПРОБ ВОД

Общие требования к разработке

Издание официальное

БЗ 3—2005/36

Москва
Стандартинформ
2005

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техниченском регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)

2 ВНЕСЕН Управлением метрологии и надзора

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 октября 2005 г. № 264-ст

4 В настоящем стандарте реализованы нормы Закона Российской Федерации «Об обеспечении единства измерений» и Закона Российской Федерации «О техническом регулировании»

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте национального органа Российской Федерации по стандартизации в сети Интернет

© Стандартинформ, 2005

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Общие положения 3
5 Разработка методики количественного химического анализа проб вод 3
6 Аттестация методики количественного химического анализа проб вод 5
Приложение А (справочное) Формы представления показателей точности (правильности и прецизионности) методики количественного химического анализа проб вод 7
Приложение Б (справочное) Основные понятия и представление неопределенности 8
Приложение В (рекомендуемое) Способы оценивания показателей точности (правильности и прецизионности) методики количественного .химического анализа проб вод 8
Приложение Г (рекомендуемое) Построение, содержание и изложение документов, регламентирующих методики количественного химического анализа проб вод 10
Приложение Д (справочное) Примеры оформления разделов документов, регламентирующих методики количественного химического анализа проб вод 11
Приложение Е (справочное) Содержание работ при проведении метрологических исследований и аттестации методики количественного химического анализа проб вод 15
Приложение Ж (рекомендуемое) Форма свидетельства об аттестации методики количественного химического анализа проб вод 16
Библиография 18

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

МЕТОДИКИ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ПРОБ ВОД

Общие требования к разработке

State system for ensuring the uniformity of measurements.
Procedures for quantitative chemical analysis of water samples.
General requirements for development

Дата введения — 2006—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на вновь разрабатываемые и пересматриваемые методики количественного химического анализа проб природных, питьевых, сточных вод (далее — МКХА проб вод) и устанавливает общие требования к их разработке и аттестации.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 1.5—2004 Стандартизация в Российской Федерации. Стандарты национальные Российской Федерации. Правила построения, изложения, оформления и обозначения

ГОСТ Р 8.563—96 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-3—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-4—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-5—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 1.2—97 Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, применения, обновления и отмены

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

Издание официальное

ГОСТ 8.417—2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Единицы величин

ГОСТ 27384—2002 Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте национального органа Российской Федерации по стандартизации в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1

природная вода: Воды Земли с содержащимися в них твердыми, жидкими и газообразными веществами.

[ГОСТ 19179—73 , статья 5]

3.2

сточная вода (в том числе сточная нормативно-очищенная): Воды, отводимые после использования в бытовой и производственной деятельности человека.

[ГОСТ 17.1.1.01—77, статья 29]

3.3

питьевая вода: Вода, по качеству в естественном состоянии или после подготовки отвечающая гигиеническим нормативам и предназначенная для удовлетворения питьевых и бытовых потребностей человека.

[ГОСТ 30813—2002, статья 3.3]

3.4

проба воды: Представительная часть определенной водной массы, отбираемая непрерывно или периодически с целью исследования ее состава и свойств.

[ГОСТ 8.556—91, приложение 1, статья 1]

3.5 **содержание компонента в пробе воды:** Обобщающее наименование измеряемой физической величины (массовой концентрации, молярной концентрации и т.д.), количественно характеризующей состав пробы воды.

3.6

нормативы качества вод; НКВ**:** Установленные количественные характеристики показателей качества вод по видам водопользования (предельно допустимые концентрации — ПДК; ориентировочно допустимые уровни воздействия — ОДУ; ориентировочно безопасные уровни воздействия — ОБУВ и т.п.).

[ГОСТ 27384—2002, статья 3.7]

3.7 **количественный химический анализ проб вод:** Экспериментальное количественное определение содержания одного или ряда компонентов состава пробы воды химическими, физико-химическими, физическими методами (с учетом рекомендаций [1]).

3.8 **результат единичного анализа (определения):** Значение содержания компонента в пробе воды, полученное при однократной реализации процедуры анализа.

3.9 **результат анализа (измерения):** Среднеарифметическое значение или медиана результатов единичного анализа (определения) (с учетом рекомендаций [1]).

3.10 **методика количественного химического анализа проб природных, питьевых, сточных, очищенных сточных вод;** МКХА проб вод: Совокупность операций и правил, выполнение которых

обеспечивает получение результатов количественного химического анализа проб природных, питьевых, сточных, очищенных сточных вод с установленными характеристиками погрешности (неопределенности) (с учетом рекомендаций [1]).

Примечание — МКХА проб вод является разновидностью методики выполнения измерений.

3.11 **показатели качества МКХА проб вод:** Показатели точности (правильности и прецизионности) МКХА проб вод.

3.12 **показатели точности (правильности и прецизионности) МКХА проб вод**: Приписанные характеристики погрешности (ее составляющих) МКХА проб вод (с учетом рекомендаций [1]).

3.13 **приписанные характеристики погрешности МКХА проб вод и характеристики погрешности ее составляющих**: Установленные характеристики погрешности и ее составляющих для любого из совокупности результатов анализа, полученного при соблюдении требований и правил аттестованной МКХА проб вод (с учетом рекомендаций [1]).

Примечание — Приписанные характеристики погрешности характеризуют гарантируемую точность МКХА проб вод.

3.14 **неопределенность измерений:** Параметр, связанный с результатом измерений и характеризующий рассеяние значений, которые можно приписать измеряемой величине [2].

Примечание — Неопределенность является эквивалентом приписанной характеристики погрешности. При этом эквивалентом расширенной неопределенности является интервальная оценка приписанной характеристики погрешности, эквивалентом стандартной неопределенности — точечная оценка приписанной характеристики погрешности [см. таблицу А.1 (приложение А) и приложение Б].

3.15 **диапазон содержаний (диапазон измерений)**: Интервал содержаний показателя пробы воды, предусмотренный МКХА проб вод.

3.16 **область применения МКХА проб вод**: Диапазон содержаний и диапазоны допускаемых значений влияющих факторов пробы воды и МКХА проб вод.

3.17 **влияющие факторы пробы воды:** Мешающие компоненты и другие свойства (факторы) пробы, оказывающие влияние на результат и погрешность (неопределенность) измерений.

3.18 **влияющие факторы МКХА проб вод**: Факторы, значения которых определяют условия проведения анализа по МКХА проб вод и которые оказывают влияние на результат и погрешность (неопределенность) измерений.

4 Общие положения

4.1 МКХА проб вод разрабатывают и применяют с целью обеспечить выполнение измерений с погрешностью (неопределенностью), не превышающей нормы погрешности измерений показателей состава и свойств вод, установленные ГОСТ 27384.

4.2 МКХА проб вод излагают в следующих документах:

- национальных стандартах Российской Федерации;
- стандартах организаций (предприятий).

4.3 МКХА проб вод применяют:

- органы государственного контроля за загрязнением и состоянием природной среды;
- органы государственного санитарного надзора;
- органы государственной службы наблюдения за уровнем загрязнения природной среды;
- организации, отдельные предприятия или группы предприятий (относящихся к соответствующей отрасли, ведомству или объединению юридических лиц) для оценки качества и (или) загрязнения вод.

4.4 Стандарты на МКХА проб вод (далее — документы на МКХА проб вод) разрабатывают в соответствии с требованиями ГОСТ Р 1.5, ГОСТ 1.2 и ГОСТ Р 8.563. Метрологический надзор за аттестованными МКХА проб вод осуществляют в соответствии с ГОСТ Р 8.563 и [3], [4].

5 Разработка методики количественного химического анализа проб вод

5.1 Разработка МКХА проб вод состоит из следующих этапов:

- разработка технического задания (ТЗ);
- выбор метода анализа и технических средств (средств измерений, стандартных образцов, аттестованных смесей, реактивов и материалов, мерной посуды, оборудования);

- установление последовательности и содержания операций при подготовке и выполнении измерений, в том числе установление влияющих факторов пробы воды и МКХА проб вод и способов их устранения, диапазона содержаний определяемого компонента и допускаемых значений влияющих факторов;

- экспериментальное опробование установленного алгоритма выполнения измерений (проведение пилотных измерений);

- планирование и проведение эксперимента (метрологических исследований) по оценке показателей качества МКХА проб вод для установления приписанных характеристик погрешности (неопределенности) измерений и ее составляющих;

- установление значений приписанной характеристики погрешности (неопределенности) измерений;

- выбор и назначение алгоритмов оперативного контроля процедуры анализа при реализации МКХА проб вод в конкретной лаборатории;

- разработка проекта документа на МКХА проб вод;

- аттестация МКХА проб вод;

- утверждение проекта документа на МКХА проб вод.

5.2 В ТЗ приводят исходные данные на разработку МКХА проб вод (наименования измеряемых величин, характеристика анализируемых проб вод, нормы погрешности измерений показателей состава и свойств проб вод, условия измерений в виде номинальных значений и (или) границ диапазонов возможных значений влияющих величин).

5.3 Методы и средства измерений выбирают в соответствии с [5]. Типы выбранных средств измерений должны быть утверждены в соответствии с:

- правилами [6], если МКХА проб вод предназначена для использования в сфере распространения государственного метрологического контроля и надзора;

- порядком, установленном в сфере обороны и безопасности, если МКХА проб вод предназначена для применения в сфере обороны и безопасности.

Стандартные образцы должны быть утверждены в соответствии с ГОСТ 8.315, аттестованные смеси должны быть утверждены в соответствии [7].

5.4 Для МКХА проб вод, применяемой для измерения компонента на уровне норматива качества вод, при установлении диапазона содержаний компонента нижняя граница диапазона содержаний определяемого компонента $C_н$ должна удовлетворять условию

$$C_н \le 0{,}5\text{НКВ}, \qquad (1)$$

где НКВ — норматив качества вод.

Примечания

1 Исключение могут составлять компоненты, для которых невозможно достичь указанных в формуле (1) значений. В этом случае $C_н$ может удовлетворять условию $C_н \le$ НКВ.

2 При отсутствии данных о значении НКВ в качестве ориентировочного уровня значений компонента качества вод используют данные о фоновых или усредненных уровнях значений этого показателя.

5.5 Планирование эксперимента по оценке показателей качества МКХА проб вод выполняют в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1, ГОСТ Р ИСО 5725-2, ГОСТ Р ИСО 5725-4 и [1].

В общем случае основными этапами планирования эксперимента по оценке показателей качества МКХА проб вод являются:

- составление структурной схемы МКХА проб вод и анализ возможных источников погрешности (неопределенности) измерений;

- изучение состава исходных проб вод, изучение возможного влияния общего состава проб вод на результаты измерений;

- уточнение диапазона и области применения МКХА проб вод на основе проведенного изучения;

- выбор метода оценки показателей качества МКХА проб вод на основе проведенного изучения, определение наличия стандартных образцов, возможности приготовления аттестованных смесей, внесения добавки в анализируемую пробу, наличия методики сравнения и т.д.;

- определение количества лабораторий, которые должны быть вовлечены в совместный оценочный эксперимент (в случае необходимости внедрения МКХА проб вод в сеть лабораторий);

- определение сроков проведения оценочного эксперимента.

5.6 Способы выражения приписанных характеристик погрешности МКХА проб вод должны соответствовать рекомендациям [1], [8] с учетом приложения А и требований ГОСТ Р ИСО 5725-1. Неопределенность выражают в соответствии с [9], [10], [11] и с учетом приложения Б.

Способы оценивания показателей качества МКХА проб вод выбирают по ГОСТ Р ИСО 5725-1, ГОСТ Р ИСО 5725-2, ГОСТ Р ИСО 5725-4, ГОСТ Р ИСО 5725-5, а также в соответствии с рекомендациями [1] и приложением В. Способы оценивания неопределенности выбирают в соответствии с [9], [10], [11].

5.7 Выбор и назначение алгоритмов оперативного контроля процедуры анализа при реализации МКХА проб вод в конкретной лаборатории осуществляют в соответствии с [12]. Выбор и назначение алгоритмов контроля стабильности результатов измерений, получаемых по МКХА проб вод при ее реализации в конкретной лаборатории, осуществляют в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 и [12].

5.8 Документы на МКХА проб вод в общем случае должны содержать следующие разделы:

- назначение и область применения МКХА проб вод;
- нормы погрешности измерений;
- приписанные характеристики погрешности (неопределенности) измерений;
- средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы;
- метод измерений;
- требования безопасности, охраны окружающей среды;
- требования к квалификации исполнителей;
- условия измерений;
- подготовка к выполнению измерений;
- выполнение измерений;
- вычисление результатов измерений, включая методы проверки приемлемости результатов единичных определений, получаемых в условиях повторяемости, и результатов измерений, получаемых в условиях воспроизводимости;
- контроль качества результатов измерений при реализации МКХА проб вод в лаборатории;
- оформление результатов измерений.

Построение и изложение документов на МКХА проб вод — в соответствии с приложением Г. Примеры оформления некоторых разделов документов на МКХА проб вод приведены в приложении Д.

6 Аттестация методики количественного химического анализа проб вод

6.1 Аттестацию МКХА проб вод осуществляют с целью подтвердить возможность выполнения измерений в соответствии с процедурой, регламентированной документом на МКХА проб вод, с характеристиками погрешности (неопределенности) измерений, не превышающими приписанных характеристик погрешности (неопределенности), указанных в документе на МКХА проб вод.

6.2 Аттестацию МКХА проб вод проводят:

- государственные научно-метрологические центры (ГНМЦ);
- органы Государственной метрологической службы (ОГМС);
- 32 Государственный научно-исследовательский испытательный институт (далее - 32 ГНИИИ МО РФ) (в сфере обороны и безопасности);
- метрологические службы (организационные структуры) организации (предприятия).

Метрологическая служба (организационная структура) организации (предприятия), осуществляющая аттестацию МКХА проб вод, применяемую в сфере распространения государственного метрологического контроля и надзора, должна быть аккредитована на право аттестации МКХА проб вод в соответствии с правилами [13].

Примечание — Документы на МКХА проб вод, применяемые в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора, подвергают метрологической экспертизе в ГНМЦ или в организациях, метрологические службы которых аккредитованы на право проведения метрологической экспертизы документов на МКХА проб вод, применяемых в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора. Документы на МКХА проб вод, предназначенные для применения в сфере обороны и безопасности, подлежат метрологической экспертизе в 32 ГНИИИ МО РФ. Метрологическую экспертизу документов на МКХА проб вод не проводят, если аттестация МКХА проб вод выполнена одним из ГНМЦ или 32 ГНИИИ МО РФ.

6.3 Аттестацию МКХА проб вод осуществляют путем метрологической экспертизы следующих материалов по разработке МКХА проб вод:

- ТЗ на разработку МКХА проб вод;
- проекта документа, регламентирующего МКХА проб вод;

- программы и результатов экспериментального и расчетного оценивания показателей качества МКХА проб вод.

6.4 При проведении исследований по установлению показателей качества МКХА проб вод, а также при ее аттестации должно быть предусмотрено выполнение работ, перечисленных в приложении Е.

6.5 При проведении метрологической экспертизы материалов по разработке МКХА проб вод подвергают анализу соответствие способов представления показателей качества МКХА проб вод основным положениям ГОСТ Р ИСО 5725-1—ГОСТ Р ИСО 5725-4, рекомендациям [8] и приложению В (способов представления неопределенности рекомендациям [9], [10], [11] и приложению Б); в части процедур контроля качества результатов измерений анализируют и отмечают в экспертном заключении использование процедур по ГОСТ Р ИСО 5725-6 и [12]. При проведении метрологической экспертизы документов на МКХА проб вод используют рекомендации [14] и [15].

6.6 При положительных результатах аттестации:

- оформляют свидетельство об аттестации МКХА проб вод (кроме МКХА проб вод, регламентированных национальными стандартами). Форма свидетельства приведена в приложении Ж. Порядок регистрации свидетельств об аттестации МКХА проб вод устанавливают организации (предприятия), осуществляющие аттестацию МКХА проб вод;

- документ, регламентирующий МКХА проб вод, утверждают в установленном порядке;

- в документе, регламентирующем МКХА проб вод (кроме государственного стандарта), указывают: «методика аттестована» — с обозначением организации (предприятия), метрологическая служба которого проводила аттестацию, либо ГНМЦ, либо ОГМС, выполнившего аттестацию МКХА проб вод.

Приложение А
(справочное)

Формы представления показателей точности (правильности и прецизионности) методики количественного химического анализа проб вод

Таблица А.1

Наименование показателя качества МКХА проб вод	Форма представления показателя качества МКХА проб вод
Показатель точности МКХА проб вод — приписанная характеристика погрешности МКХА проб вод	1 Границы [нижняя, верхняя ($\Delta_н$, $\Delta_в$)], в которых погрешность любого из совокупности результатов анализа (измерений) находится с принятой вероятностью P, — интервальная оценка, или $\pm\Delta$, P, при $\Delta = \lvert\Delta_в\rvert = \Delta_л = Z\,\sigma(\Delta)$, где Z — квантиль распределения, зависящий от его типа и принятой вероятности P. 2 Среднее квадратическое отклонение — $\sigma(\Delta)$ погрешности результатов анализа (измерений), полученных во всех лабораториях, применяющих данную МКХА проб вод, — точечная оценка
Показатель правильности МКХА проб вод — приписанная характеристика систематической погрешности МКХА проб вод	1 θ, $\sigma_с$, где θ — математическое ожидание (оценка) систематической погрешности; $\sigma_с$ — среднее квадратическое отклонение неисключенной систематической погрешности МКХА проб вод — точечная оценка. Примечание — θ может быть введена в результат единичного анализа (определения) в качестве поправки. 2 Границы ($\Delta_{С.н}$, $\Delta_{С.в}$), в которых систематическая погрешность МКХА проб вод находится с принятой вероятностью P, — интервальная оценка, или $\pm\Delta_с$, P, где $\Delta_{с.в} = \lvert\Delta_{с.н}\rvert = \Delta_с = Z\sigma_с$
Показатель повторяемости МКХА проб вод — приписанная характеристика случайной погрешности результатов единичного анализа, полученных в условиях повторяемости	1 Среднее квадратическое отклонение результатов единичного анализа, полученных в условиях повторяемости (результатов параллельных определений) — σ_r. 2 Предел повторяемости — r для двух результатов единичного анализа, полученных в условиях повторяемости (результатов параллельных определений)
Показатель воспроизводимости МКХА проб вод — приписанная характеристика случайной погрешности результатов анализа (измерений), полученных в условиях воспроизводимости	1 Среднее квадратическое отклонение результатов анализа (измерений), полученных в условиях воспроизводимости — σ_R. 2 Предел воспроизводимости — R для двух результатов анализа (измерений)

Примечание — Если МКХА проб вод разрабатывают для применения в одной лаборатории, приписанными характеристиками погрешности МКХА проб вод являются: показатель точности, показатель внутрилабораторной прецизионности, показатель повторяемости и показатель правильности (систематическая погрешность лаборатории). Формы представления — в соответствии с [12].

Приложение Б
(справочное)

Основные понятия и представление неопределенности

Б.1 Неопределенность результата анализа (измерений), выраженная как среднее квадратическое отклонение, представляет собой стандартную неопределенность [9] и [10] .

Б.2 Метод оценивания неопределенности путем статистического анализа рядов наблюдений представляет собой оценку по типу А [10].

Б.3 Метод оценивания неопределенности иным способом, чем статистический анализ рядов наблюдений, представляет собой оценку по типу В [10].

Б.4 Стандартная неопределенность результата измерений, когда результат получают из значений ряда других величин, равная положительному квадратному корню суммы членов, причем члены являются дисперсиями или ковариациями этих других величин, взвешенными в соответствии с тем, как результат измерений изменяется в зависимости от изменения этих величин, представляет собой суммарную стандартную неопределенность [10].

Б.5 Величина, определяющая интервал вокруг результата измерений, в пределах которого (можно ожидать) находится большая часть распределений значений, которые с достаточным основанием могли быть приписаны измеряемой величине, представляет собой расширенную неопределенность [10].

Б.6 Числовой коэффициент, используемый как множитель суммарной стандартной неопределенности для получения расширенной неопределенности, представляет собой коэффициент охвата. Коэффициент охвата обычно составляет от 2 до 3. Принятие коэффициента охвата k = 2 дает интервал, имеющий уровень достоверности примерно 95 %, а принятие k = 3 дает интервал, имеющий уровень достоверности приблизительно 99 % [10].

Б.7 В соответствии с [11] при вычислении неопределенности результат анализа (измерений) — X должен быть указан вместе с расширенной неопределенностью U, которую вычисляют с применением коэффициента охвата k = 2. Рекомендуется следующая форма записи:

$$X \pm U, \qquad (Б.1)$$

где U — расширенная неопределенность, вычислена с применением коэффициента охвата, равного 2, что дает уровень достоверности приблизительно 95 %.

Приложение В
(рекомендуемое)

Способы оценивания показателей точности (правильности и прецизионности) методики количественного химического анализа проб вод

В.1 В общем случае МКХА проб вод включает в себя следующие стадии:

- подготовку пробы к анализу;
- прямые измерения аналитических сигналов (промежуточных измерений) и их обработку;
- вычисление результата измерений значения показателя состава (свойств) вод, функционально связанного с результатами прямых измерений.

Каждая из этих операций отягощена своими погрешностями. На формирование погрешности результата измерений могут оказывать влияние многие факторы, в том числе:

- случайные различия между составами отобранных проб.
- матричные эффекты и взаимные влияния;
- неполнота извлечения, концентрирования;
- возможные изменения состава пробы вследствие ее хранения;
- погрешности используемых средств измерений, в том числе стандартных образцов (СО) или аттестованных смесей (АС), оборудования, а также чистота используемых реактивов;
- неадекватность математической модели, положенной в основу метода измерений, физическому явлению;
- неадекватность образцов для градуировки анализируемым пробам,
- неопределенность значения поправки на холостую пробу;
- действия оператора;

- вариации параметров окружающей среды при проведении измерений (температура, влажность, загрязнение воздуха и т.д.);

- случайные эффекты и т.п.

В.2 Оценку значений приписанной характеристики погрешности — показателя точности МКХА проб вод — проводят по установленным значениям характеристик ее случайной и систематической составляющих во всем диапазоне содержаний определяемого компонента, для всех диапазонов сопутствующих компонентов (далее — влияющие факторы пробы), а также условий выполнения измерений, приведенных в документе на МКХА проб вод.

В.3 Оценка показателей прецизионности (повторяемости и воспроизводимости) может быть проведена на однородных и стабильных рабочих пробах вод с применением либо СО состава вод по ГОСТ 8.315, либо АС по [7] на основе межлабораторного эксперимента. Результаты анализа одних и тех же проб или СО (АС) получают при случайных вариациях влияющих факторов методики в условиях воспроизводимости (разное время, разные аналитики, разные партии реактивов одного типа, разные наборы мерной посуды, разные экземпляры средств измерений одного типа, разные лаборатории).

Примечание — Рабочие пробы должны быть однородны и стабильны по составу во все время проведения эксперимента.

В.4 Оценка показателя правильности МКХА проб вод может быть проведена одним из следующих способов — с применением.

- набора образцов для оценивания (ОО) в виде СО или АС;

- метода добавок и метода добавок в сочетании с методом разбавления;

- аттестованной методики с известными (оцененными) характеристиками погрешности измерений (методики сравнения);

- расчетного способа (путем суммирования числовых значений составляющих систематической погрешности измерений).

В.4.1 Применение набора образцов для оценивания в виде СО или АС в условиях получения экспериментальных данных в нескольких лабораториях позволяет оценивать постоянную часть систематической погрешности, а также варьируемую часть систематической погрешности, обусловленную влияющими факторами пробы. Общий состав ОО должен соответствовать области применения МКХА проб вод. Содержание определяемого показателя и уровни мешающих факторов пробы в ОО подбирают в соответствии с требованиями плана эксперимента (однофакторного или многофакторного).

В.4.2 Применение метода добавок в сочетании с методом разбавления позволяет оценить аддитивную (постоянную) и мультипликативную (пропорционально изменяющуюся) части систематической погрешности МКХА проб вод. Применение метода добавок позволяет оценить мультипликативную (пропорционально изменяющуюся) часть систематической погрешности МКХА проб вод. Использование метода добавок допустимо, если на стадии предварительных исследований или по априорным данным установлено, что аддитивная (постоянная) часть систематической погрешности не является статистически значимой долей погрешности результата анализа.

Образцами для оценивания являются рабочие пробы вод, рабочие пробы вод с известной добавкой, разбавленные рабочие пробы и разбавленные рабочие пробы с известной добавкой.

Примечание — Применение метода добавок и метода добавок в сочетании с методом разбавления допустимо, если на стадии предварительных исследований или по априорным данным установлено, что влияющие факторы пробы не оказывают значимого влияния на погрешность результата анализа.

В.4.3 Использование способа, основанного на применении аттестованной МКХА проб вод с известными (оцененными) характеристиками погрешности (далее — МКХА сравнения), возможно при наличии следующих условий.

- область применения МКХА сравнения совпадает с областью применения исследуемой МКХА проб вод или перекрывает ее,

- значение показателя воспроизводимости МКХА сравнения не превышает значения показателя воспроизводимости исследуемой МКХА проб вод;

- систематическая погрешность МКХА сравнения незначима на фоне ее случайной погрешности;

- МКХА сравнения удовлетворяет требованиям внутрилабораторного контроля точности ее результатов.

Примечание — Применение МКХА сравнения допустимо, если на стадии предварительных исследований или по априорным данным установлено, что влияющие факторы пробы не оказывают значимого влияния на погрешность результата анализа.

В.4.4 Применение расчетного способа основано на суммировании числовых значений составляющих систематической погрешности.

При расчетном способе к факторам, которые формируют систематическую погрешность МКХА проб вод, могут быть отнесены все факторы, перечисленные в В.1, за исключением случайных эффектов, количественную оценку влияния которых учитывают при расчете среднего квадратического отклонения результатов единичного анализа (определения), полученных в условиях повторяемости.

Приложение Г
(рекомендуемое)

Построение, содержание и изложение документов, регламентирующих методики количественного химического анализа проб вод

Г.1 Наименование документа на МКХА проб вод должно соответствовать требованиям ГОСТ Р 1.5 и ГОСТ Р 8.563.

Г.2 Документ на МКХА проб вод должен содержать вводную часть и разделы, расположенные в последовательности:

- нормы погрешности измерений;
- приписанные характеристики погрешности измерений и ее составляющих;
- метод анализа (измерений);
- средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы;
- требования безопасности, охраны окружающей среды;
- требования к квалификации оператора;
- условия выполнения анализа (измерений);
- подготовка к выполнению анализа (измерений);
- выполнение анализа (измерений),
- обработка (вычисление) результата анализа (измерений),
- оформление результатов анализа (измерений);
- контроль качества результатов анализа (измерений) при реализации методики в лаборатории.

Допускается исключать и (или) объединять некоторые разделы.

Г.3 Во вводной части должны быть установлены назначение и область применения МКХА проб вод. Должны быть указаны типы анализируемых вод, наименование определяемого компонента, диапазон содержаний определяемого компонента и диапазоны допускаемых МКХА проб вод вариаций влияющих факторов пробы. При необходимости могут быть приведены сведения о продолжительности и трудоемкости измерений.

Первый пункт вводной части излагают следующим образом: «Настоящий документ (указывают конкретно вид документа на МКХА проб вод) устанавливает методику количественного химического анализа проб вод (указывают типы анализируемых вод) для определения в них (далее — наименование измеряемой величины с указанием диапазона измеряемых содержаний определяемого компонента и используемого метода измерений)».

Г.4 Раздел «Нормы погрешности измерений» должен содержать допускаемые значения показателя точности, характеризующие требуемую точность измерений. Нормы погрешности измерений указывают в соответствии с ГОСТ 27384 для всего диапазона измеряемых содержаний определяемого компонента.

Г.5 Раздел «Приписанные характеристики погрешности измерений и ее составляющих» содержит числовые значения показателей качества МКХА проб вод. Способы выражения показателей качества МКХА проб вод должны соответствовать приложению В и рекомендациям [1].

Значения приписанных характеристик погрешности измерений (показателей качества МКХА проб вод) должны быть указаны для всего диапазона измеряемых содержаний. В случае, если показатели качества МКХА проб вод зависят от измеряемого содержания, их значения должны быть представлены в виде функциональной зависимости от измеряемого содержания или таблицы значений по интервалам содержаний, в пределах каждого из которых изменениями значений показателей качества допустимо пренебречь.

Примечание — Если в разделе приводят значения неопределенности, то способы ее выражения представляют в соответствии [10] и [11].

Г.6 Раздел «Метод измерений» должен содержать наименование метода измерений и описание принципа (физического, физико-химического, химического), положенного в его основу.

Г.7 В разделе «Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы» должен быть приведен полный перечень средств измерений (включая стандартные образцы), вспомогательных устройств, материалов и реактивов, необходимых для выполнения измерений. В перечне этих средств наряду с наименованием указывают обозначения национальных стандартов (стандартов других категорий) или технических условий, обозначения типов (моделей) средств измерений, их метрологические характеристики (класс точности, пределы допускаемых погрешностей, пределы измерений и др.).

Если выполнение измерений требует специальных приспособлений, устройств, в справочном приложении к документу на МКХА проб вод следует привести их чертежи, описания и характеристики.

Г.8 Раздел «Требования безопасности, охраны окружающей среды» содержит требования, выполнение которых обеспечивает при выполнении измерений безопасность труда, нормы производственной санитарии и охрану окружающей среды.

Г.9 Раздел «Требования к квалификации оператора» должен включать в себя требования к уровню квалификации (профессия, образование, стаж работы и т.д.) лиц, допускаемых к выполнению измерений.

Г.10 Раздел «Условия выполнения измерений» должен содержать перечень факторов (температура, давление, влажность и т.д.), определяющих условия выполнения измерений, диапазоны допускаемых МКХА проб вод изменений этих факторов или их номинальные значения с указанием пределов допускаемых отклонений.

Г.11 Раздел «Подготовка к выполнению измерений» должен содержать описание всех работ по подготовке к проведению измерений.

В разделе должен быть описан этап проверки режимов работы измерительной аппаратуры и приведения ее в рабочее состояние или дана ссылка на нормативные документы, устанавливающие порядок подготовки используемой аппаратуры.

В разделе должны быть описаны способы обработки анализируемых проб образцов для градуировки, процедуры приготовления растворов, необходимых для анализа. Для растворов с ограниченной стабильностью должны быть указаны условия и сроки их хранения. Допускается методику приготовления растворов приводить в справочном приложении к документу на МКХА проб вод.

Если при выполнении измерений предусмотрено установление градуировочной характеристики, в разделе должны быть приведены способы ее установления и контроля, а также порядок применения образцов для градуировки.

Если для установления градуировочной характеристики необходимо использовать образцы для градуировки в виде смесей, приготовляемых непосредственно при выполнении измерений, раздел должен содержать описание процедуры их приготовления, значения (одно или несколько) содержаний компонентов смеси исходных веществ и характеристик их погрешностей.

Допускается методику приготовления таких образцов приводить в справочном приложении к документу на МКХА проб вод.

Если порядок подготовительных работ установлен документами на средства измерений и другие технические средства, то в разделе дают ссылки на эти документы.

Г.12 В разделе «Выполнение измерений» должны быть установлены требования к объему (массе) навесок пробы, их числу, способам взятия аналитической навески, при необходимости дано указание о проведении «холостого опыта»; определены последовательность проведения и содержание операций, обеспечивающих получение результата измерения, включая операции по устранению влияния мешающих компонентов пробы при их наличии.

Г.13 В разделе «Обработка (вычисление) результата измерений» должны быть описаны способы вычисления по полученным экспериментальным данным значения содержания показателя в анализируемой пробе воды. Расчетные формулы для получения результата измерений должны быть даны с указанием единиц измеряемых величин по ГОСТ 8.417.

В разделе приводят методы проверки приемлемости результатов параллельных определений, получаемых в условиях повторяемости, и результатов измерений, получаемых в условиях воспроизводимости.

Числовые значения результата измерений должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение показателя точности МКХА проб вод.

Г.14 Раздел «Оформление результатов измерений» содержит требования к форме представления полученных результатов измерений.

Г.15 Раздел «Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории» должен содержать описание процедур контроля, значения нормативов контроля, требования к образцам для контроля .

Приложение Д
(справочное)

Примеры оформления разделов документов, регламентирующих методики количественного химического анализа проб вод

Д.1 В настоящем приложении в соответствии с приложением А приведены примеры оформления вводной части и следующих разделов документов на МКХА проб вод:

- приписанные характеристики погрешности измерений и ее составляющих;
- обработка (вычисление) результата анализа (измерений);
- оформление результатов анализа (измерений);
- контроль качества результатов анализа (измерений) при реализации методики в лаборатории.

Д.2 Пример оформления вводной части

«Настоящий стандарт организации (предприятия) устанавливает методику количественного химического анализа проб сточных вод для определения в них массовой концентрации сульфат-ионов от 25 до 400 мг/дм^3 гравиметрическим методом».

Д.3 Пример оформления раздела «Приписанные характеристики погрешности измерений и ее составляющих»

Д.3.1 Методика количественного химического анализа обеспечивает получение результатов анализа (измерений) с погрешностью, значение которой не превышает значений, указываемых в таблице Д.1.

Таблица Д.1 — Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости МКХА проб вод

Диапазон измерений	Показатель повторяемости (среднее квадратическое отклонение повторяемости) σ_r	Показатель воспроизводимости (среднее квадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R	Показатель точности (границы, в которых погрешность МКХА проб вод находится с принятой вероятностью $P = 0,95$) $\pm \Delta$

Д.3.2 Значения показателя точности МКХА проб вод используют при:

- оформлении результатов анализа (измерений), выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний;
- оценке возможности использовать результаты анализа (измерений) при реализации МКХА проб вод в конкретной лаборатории.

Д.4 Пример оформления раздела «Обработка (вычисление) результата анализа (измерений)»

Д.4.1 Результат единичного анализа (определения) — содержание определяемого показателя в пробе находят по градуировочному графику.

Д.4.2 За результат анализа (измерений) содержания определяемого показателя в пробе принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, расхождение между которыми не должно превышать предела повторяемости. Значения предела повторяемости r для двух результатов параллельных определений указывают в таблице Д.2

При превышении предела повторяемости r необходимо дополнительно получить еще n ($n \geq 1$) результатов параллельных определений. Если при этом расхождение ($X_{max} - X_{min}$) результатов $2 + n$ параллельных определений менее (или равно) критического диапазона $CR_{0,95}(2 + n)$ по ГОСТ Р ИСО 5725-6, то в качестве окончательного результата принимают среднеарифметическое значение результатов $2 + n$ параллельных определений. Значения критического диапазона для $2 + n$ результатов параллельных определений указывают в таблице Д.2.

Если расхождение ($X_{max} - X_{min}$) более $CR_{0,95}(2 + n)$, в качестве окончательного результата анализа (измерения) принимают медиану $2 + n$ результатов параллельных определений.

При получении двух последовательных результатов анализа (измерений) в виде медианы выясняют причины появления такой ситуации и проводят оперативный контроль процедуры анализа в соответствии с [12].

Таблица Д.2 — Диапазон измерений, значения предела повторяемости и критического диапазона при принятой вероятности $P = 0,95$

Диапазон измерений	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений) r	Критический диапазон (для $2 + n$ результатов параллельных определений) $CR_{0,95}(2 + n)$

Д.4.3 Расхождение между результатами анализа (измерений), полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа (измерений) и в качестве окончательного результата может быть использовано их общее среднее значение. Значения предела воспроизводимости указывают в таблице Д.3.

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов анализа (измерений) согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Таблица Д.3 — Диапазон измерений, значения предела воспроизводимости при принятой вероятности $P = 0,95$

Диапазон измерений	Предел воспроизводимости [для двух результатов анализа (измерений)] R

Д.5 Пример оформления раздела «Оформление результатов анализа (измерений)»

Результат анализа (измерений), $\overline{X}$, в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде

$$\overline{X} \pm \Delta, \ P = 0,95,$$

где $\overline{X}$ — результат анализа (измерений), полученный в соответствии с прописью методики;

Δ — показатель точности МКХА проб вод. Значения Δ приводят в разделе Д.3 «Приписанные характеристики погрешности измерений и ее составляющих».

Допустимо результат анализа (измерений) в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде

$$\overline{X} \pm \Delta_л, \ P = 0,95, \ \text{при условии} \ \Delta_л < \Delta,$$

где $\pm \Delta_л$ — значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории, в соответствии с порядком, принятым в лаборатории, с учетом рекомендаций [12] и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

Примечание — При представлении результата анализа (измерений) в документах, выдаваемых лабораторией, указывают число результатов параллельных определений, выполненных для получения результата анализа (измерений), и способ расчета результата анализа (измерений) — среднеарифметическое значение или медиану результатов параллельных определений.

Д.6 Пример оформления раздела «Контроль качества результатов анализа (измерений) при реализации методики в лаборатории»

Д.6.1 Контроль качества результатов анализа (измерений) при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры анализа (измерений) — на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры,
- контроль стабильности результатов измерений — на основе контроля стабильности среднего квадратического отклонения повторяемости, среднего квадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности.

Д.6.2 Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа (измерений) с применением образцов для контроля (СО или АС)

Оперативный контроль процедуры анализа (измерений) проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля K.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле

$$K_к = |\overline{X} - C|, \qquad (Д.1)$$

где $\overline{X}$ — результат контрольного измерения содержания определяемого компонента в образце для контроля — среднеарифметическое значение двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости r. Значение r указывают в таблице Д.2,

C — аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \Delta_л, \qquad (Д.2)$$

где $\pm \Delta_л$ — характеристика погрешности результатов измерений, соответствующая аттестованному значению образца для контроля и установленная согласно [12].

Процедуру анализа (измерений) признают удовлетворительной при выполнении условия

$$K_к \le K. \qquad (Д.3)$$

При невыполнении условия (Д.3) эксперимент повторяют. При повторном невыполнении условия (Д.3) процесс анализа приостанавливают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Периодичность контроля процедуры анализа (измерений), а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов анализа (измерений) устанавливают в Руководстве по качеству лаборатории.

Д.6.3 Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа (измерений) с использованием метода добавок

Оперативный контроль процедуры анализа (измерений) проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля $K_д$.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле

$$K_к = |\overline{X}' - \overline{X} - C|, \quad (Д.4)$$

где $\overline{X}'$ — результат контрольного измерения содержания определяемого компонента в пробе с известной добавкой — среднеарифметическое значение двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости r. Значение r указывают в таблице Д.2,

$\overline{X}$ — результат контрольного измерения содержания определяемого компонента в рабочей пробе — среднеарифметическое значение n результатов параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости r;

C — добавка.

Норматив контроля $K_д$ рассчитывают по формуле

$$K_д = \sqrt{(\Delta_{1\overline{X}})^2 + (\Delta_{2\overline{X}})^2}, \quad (Д.5)$$

где $\Delta_{1\overline{X}}, \Delta_{2\overline{X}}$ — значения характеристики погрешности результатов анализа (измерений), установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие содержанию определяемого компонента в рабочей пробе и в пробе с добавкой.

Процедуру анализа (измерений) признают удовлетворительной при выполнении условия

$$K_к \le K_д. \quad (Д.6)$$

При невыполнении условия (Д.6) эксперимент повторяют. При повторном невыполнении условия (Д.6) процесс анализа приостанавливают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Периодичность контроля процедуры анализа (измерений), а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов анализа (измерений) устанавливают в Руководстве по качеству лаборатории.

Приложение Е
(справочное)

Содержание работ при проведении метрологических исследований и аттестации методики количественного химического анализа проб вод

Таблица Е.1

Наименование работ	Исполнитель
1 Проверка наличия условий, необходимых для проведения метрологических исследований МКХА проб вод: - проверка соответствия представленного на метрологическую аттестацию проекта документа, регламентирующего МКХА проб вод, требованиям ТЗ и приложения Г настоящего стандарта; - проверка правильности выбора средств измерений, предусмотренных МКХА проб вод; - проверка соответствия условий применения средств измерений, предусмотренных МКХА проб вод, условиям их применения, указанным в нормативных документах на средства измерений; - проверка наличия, технического состояния и соответствия требованиям МКХА проб вод средств измерений, вспомогательного оборудования, лабораторной посуды, реактивов, материалов, необходимых для проведения аттестации МКХА проб вод; - проверка соответствия методик приготовления смесей, необходимых для аттестации МКХА проб вод, рекомендациям [7]	Разработчик МКХА проб вод, метрологическая служба организации (предприятия), ГНМЦ, ОГМС
2 Составление программы экспериментального и расчетного оценивания показателей качества МКХА проб вод	Разработчик МКХА проб вод, метрологическая служба организации (предприятия), ГНМЦ, ОГМС
3 Проведение исследований по установлению значений показателей качества МКХА проб вод для оценки значений приписанной характеристики погрешности и ее составляющих, оформление результатов исследований	Разработчик МКХА проб вод
4 Проверка правильности: - выполнения исследований по установлению показателей качества МКХА проб вод; - установления значений показателей качества МКХА проб вод; - выбора (расчета) норм погрешности измерений для определяемого компонента состава (свойств) вод. Проверка соответствия рассчитанных значений приписанной характеристики погрешности измерений нормам погрешности измерений. Анализ обоснованности процедур и нормативов контроля качества результатов измерений при реализации МКХА проб вод в лаборатории	Разработчик МКХА проб вод, метрологическая служба организации (предприятия), ГНМЦ, ОГМС
5 Аттестация МКХА проб вод по результатам метрологической экспертизы материалов по ее разработке, включая материалы по установлению показателей качества, — в соответствии с рекомендациями [15]	Организация, осуществляющая аттестацию МКХА проб вод [метрологическая служба организации (предприятия), ГНМЦ, ОГМС]

Приложение Ж
(рекомендуемое)

Форма свидетельства об аттестации методики количественного химического анализа проб вод

_____

наименование организации (предприятия), проводившей аттестацию МКХА проб вод

СВИДЕТЕЛЬСТВО №
об аттестации МКХА проб вод

Методика количественного химического анализа проб вод

_____,

наименование измеряемой величины, метод измерений, типы вод

разработанная _____

наименование организации (предприятия), разработавшей МКХА проб вод

и регламентированная _____,

обозначение и наименование документа

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563—96.

Аттестация осуществлена по результатам _____

вид работ: метрологическая экспертиза материалов по разработке

_____.

МКХА проб вод, теоретическое или экспериментальное исследование МКХА проб вод, другие виды работ

Результаты аттестации МКХА проб вод, соответствующие предъявляемым к ней метрологическим требованиям, приведены в таблицах Ж.1 и Ж.2 (при принятой вероятности $P = 0,95$).

Таблица Ж.1

Диапазон измерений	Показатель повторяемости (среднее квадратическое отклонение повторяемости) σ_r	Показатель воспроизводимости (среднее квадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R	Показатель правильности[1)] (границы, в которых находится систематическая погрешность МКХА проб вод с принятой вероятностью $P = 0,95$) $\pm \Delta_c$	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность МКХА проб вод с принятой вероятностью $P = 0,95$) $\pm \Delta$

[1)] В обоснованных случаях значение показателя правильности МКХА проб вод в свидетельстве допустимо не указывать.

Таблица Ж.2

Диапазон измерений	Предел повторяемости[1)] (для двух результатов параллельных определений) r	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений) R

[1)] Значение предела повторяемости указывают в случае, если МКХА проб вод предусмотрено проведение параллельных определений.

При реализации МКХА проб вод в лаборатории обеспечивают.

- оперативный контроль процедуры анализа (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры),

- контроль стабильности результатов анализа (на основе контроля стабильности среднего квадратического отклонения повторяемости, среднего квадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа приводят в документе на МКХА проб вод.

Процедуры контроля стабильности результатов анализа устанавливают в Руководстве по качеству лаборатории.

Дата выдачи

Руководитель организации (предприятия) _____ _____

личная подпись расшифровка подписи

Место печати

Библиография

[1] РМГ 61—2003 Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки. — М.. ИПК Изд-во стандартов, 2004

[2] Международный словарь терминов в метрологии VIM (русско-англо-немецко- испанский Словарь основных и общих терминов в метрологии). — М.: ИПК Изд-во стандартов, 1998

[3] ПР 50.2.002—94 Государственная система обеспечения единства измерений. Порядок осуществления государственного метрологического надзора за выпуском, состоянием и применением средств измерений, аттестованными методиками выполнения измерений, эталонами и соблюдением метрологических правил и норм. — М.. ВНИИМС, 1994

[4] МИ 2304—94 Государственная система обеспечения единства измерений. Метрологический контроль и надзор, осуществляемый метрологическими службами юридических лиц.—- М.: ВНИИМС, 1994

[5] МИ 1967—89 Государственная система обеспечения единства измерений. Выбор методов и средств измерений при разработке методик выполнения измерений. Общие положения. — М.: ВНИИМС, 1989

[6] ПР 50.2.009—94 Государственная система обеспечения единства измерений. Порядок проведения испытаний и утверждения типа средств измерений (с Изменением №1). — М.: ВНИИМС, 1994

[7] РМГ 60—2003 Государственная система обеспечения единства измерений. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке. — М.: ИПК Изд.-во стандартов, 2004

[8] МИ 1317—2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Результаты и характеристики погрешности измерений. Формы представления. Способы использования при испытаниях образцов продукции и контроле их параметров. — М.: ВНИИМС, 2004

[9] РМГ 43—2001 Государственная система обеспечения единства измерений. Применение «Руководства по выражению неопределенности измерений». — М.: ИПК Изд-во стандартов, 2001

[10] Руководство по выражению неопределенности измерений. — Пер. с англ. — С.-Пб.. ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, 1999

[11] Руководство ЕВРАХИМ/СИТАК//Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях. — 2-е изд., 2000.- Пер. с англ. — С.-Пб.: ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, 2002

[12] МИ 2335—2003 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа. — Екатеринбург: УНИИМ, 2002

[13] ПР 50.2.013—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Порядок аккредитации метрологических служб юридических лиц на право аттестации методик выполнения измерений и проведения метрологической экспертизы документов. - М.: ВНИИМС, 1997

[14] РМГ 62—2003 Государственная система обеспечения единства измерений. Обеспечение эффективности измерений при управлении технологическими процессами. Оценивание погрешности измерений при ограниченной исходной информации. — М.. ИПК Изд-во стандартов, 2004

[15] Р 50.2.008—2001 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики количественного химического анализа. Содержание и порядок проведения метрологической экспертизы. — М.: ИПК Изд-во стандартов, 2001

УДК 53.088:54.062:006.354 ОКС 17.020 Т80

Ключевые слова: методика количественного химического анализа проб природных, питьевых, сточных вод (МКХА проб вод), нормы погрешности измерений, приписанные характеристики погрешности измерений, показатели качества МКХА проб вод

Редактор *Л.В. Афанасенко*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 17.11.2005. Подписано в печать 25.11.2005. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 1,85. Тираж 650 экз. Зак. 874. С 2138.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6

gost.e-ecolog.ru